

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear

Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion



THIS PUBLICATION IS COPYRIGHT PROTECTED

Copyright © 2012 IEC, Geneva, Switzerland

All rights reserved. Unless otherwise specified, no part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from either IEC or IEC's member National Committee in the country of the requester.

If you have any questions about IEC copyright or have an enquiry about obtaining additional rights to this publication, please contact the address below or your local IEC member National Committee for further information.

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de la CEI ou du Comité national de la CEI du pays du demandeur.

Si vous avez des questions sur le copyright de la CEI ou si vous désirez obtenir des droits supplémentaires sur cette publication, utilisez les coordonnées ci-après ou contactez le Comité national de la CEI de votre pays de résidence.

IEC Central Office
3, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel.: +41 22 919 02 11
Fax: +41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch

About the IEC

The International Electrotechnical Commission (IEC) is the leading global organization that prepares and publishes International Standards for all electrical, electronic and related technologies.

About IEC publications

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC. Please make sure that you have the latest edition, a corrigenda or an amendment might have been published.

Useful links:

IEC publications search - www.iec.ch/searchpub

The advanced search enables you to find IEC publications by a variety of criteria (reference number, text, technical committee,...).

It also gives information on projects, replaced and withdrawn publications.

IEC Just Published - webstore.iec.ch/justpublished

Stay up to date on all new IEC publications. Just Published details all new publications released. Available on-line and also once a month by email.

Electropedia - www.electropedia.org

The world's leading online dictionary of electronic and electrical terms containing more than 30 000 terms and definitions in English and French, with equivalent terms in additional languages. Also known as the International Electrotechnical Vocabulary (IEV) on-line.

Customer Service Centre - webstore.iec.ch/csc

If you wish to give us your feedback on this publication or need further assistance, please contact the Customer Service Centre: csc@iec.ch.

A propos de la CEI

La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des Normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées.

A propos des publications CEI

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu. Veuillez vous assurer que vous possédez l'édition la plus récente, un corrigendum ou amendement peut avoir été publié.

Liens utiles:

Recherche de publications CEI - www.iec.ch/searchpub

La recherche avancée vous permet de trouver des publications CEI en utilisant différents critères (numéro de référence, texte, comité d'études,...).

Elle donne aussi des informations sur les projets et les publications remplacées ou retirées.

Just Published CEI - webstore.iec.ch/justpublished

Restez informé sur les nouvelles publications de la CEI. Just Published détaille les nouvelles publications parues. Disponible en ligne et aussi une fois par mois par email.

Electropedia - www.electropedia.org

Le premier dictionnaire en ligne au monde de termes électroniques et électriques. Il contient plus de 30 000 termes et définitions en anglais et en français, ainsi que les termes équivalents dans les langues additionnelles. Egalement appelé Vocabulaire Electrotechnique International (VEI) en ligne.

Service Clients - webstore.iec.ch/csc

Si vous désirez nous donner des commentaires sur cette publication ou si vous avez des questions contactez-nous: csc@iec.ch.



IEC 60296

Edition 4.0 2012-02

INTERNATIONAL STANDARD

NORME INTERNATIONALE

Fluids for electrotechnical applications – Unused mineral insulating oils for transformers and switchgear

Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

COMMISSION
ELECTROTECHNIQUE
INTERNATIONALE

PRICE CODE
CODE PRIX

S

ICS 29.040

ISBN 978-2-88912-928-7

**Warning! Make sure that you obtained this publication from an authorized distributor.
Attention! Veuillez vous assurer que vous avez obtenu cette publication via un distributeur agréé.**

CONTENTS

FOREWORD.....	4
INTRODUCTION.....	6
1 Scope.....	7
2 Normative references	7
3 Terms and definitions	9
4 Properties of oil	10
4.1 Functional properties.....	10
4.2 Refining and stability.....	10
4.3 Performance.....	10
4.4 Health, safety and environment (HSE) properties	10
5 Classification, identification, general delivery requirements and sampling.....	11
5.1 Classification.....	11
5.1.1 Classes	11
5.1.2 Antioxidant additive (inhibitor) content.....	11
5.1.3 Lowest cold start energizing temperature (LCSET)	11
5.2 Requirements	11
5.3 Miscibility	11
5.4 Identification and general delivery requirements.....	11
5.5 Sampling	12
6 Properties, their significance and test methods.....	12
6.1 Viscosity.....	12
6.2 Pour point	12
6.3 Water content.....	12
6.4 Breakdown voltage	13
6.5 Dielectric dissipation factor (DDF)	13
6.6 Appearance.....	13
6.7 Acidity.....	13
6.8 Interfacial tension (IFT)	13
6.9 Sulphur content.....	13
6.10 Corrosive and potentially corrosive sulphur	13
6.11 Additives (see 3.4)	14
6.11.1 General	14
6.11.2 Antioxidant additives (see 3.5).....	14
6.11.3 Metal passivators	14
6.11.4 Pour point depressants.....	15
6.12 Oxidation stability.....	15
6.13 Gassing tendency.....	15
6.14 Electrostatic charging tendency (ECT).....	15
6.15 Flash point	15
6.16 Density.....	15
6.17 Polycyclic aromatic content (PCAs)	16
6.18 Polychlorinated biphenyl content (PCBs)	16
6.19 2-Furfural (2-FAL) and related compounds content.....	16
6.20 Particle content	16

6.21	DBDS content	16
6.22	Stray gassing of oil.....	16
7	Specific requirements for special applications	18
7.1	Higher oxidation stability and low sulphur content	18
7.2	Electrostatic charging tendency (ECT).....	18
7.3	Gassing tendency.....	18
Annex A (informative)	Potentially corrosive sulphur	19
Bibliography	21
Table 1	– Maximum viscosity and pour point of transformer oil at lowest cold start energizing temperature (LCSET).....	12
Table 2	– General specifications	17

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

FLUIDS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS – UNUSED MINERAL INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS AND SWITCHGEAR

FOREWORD

- 1) The International Electrotechnical Commission (IEC) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of IEC is to promote international co-operation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, IEC publishes International Standards, Technical Specifications, Technical Reports, Publicly Available Specifications (PAS) and Guides (hereafter referred to as “IEC Publication(s)”). Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of IEC on technical matters express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the relevant subjects since each technical committee has representation from all interested IEC National Committees.
- 3) IEC Publications have the form of recommendations for international use and are accepted by IEC National Committees in that sense. While all reasonable efforts are made to ensure that the technical content of IEC Publications is accurate, IEC cannot be held responsible for the way in which they are used or for any misinterpretation by any end user.
- 4) In order to promote international uniformity, IEC National Committees undertake to apply IEC Publications transparently to the maximum extent possible in their national and regional publications. Any divergence between any IEC Publication and the corresponding national or regional publication shall be clearly indicated in the latter.
- 5) IEC itself does not provide any attestation of conformity. Independent certification bodies provide conformity assessment services and, in some areas, access to IEC marks of conformity. IEC is not responsible for any services carried out by independent certification bodies.
- 6) All users should ensure that they have the latest edition of this publication.
- 7) No liability shall attach to IEC or its directors, employees, servants or agents including individual experts and members of its technical committees and IEC National Committees for any personal injury, property damage or other damage of any nature whatsoever, whether direct or indirect, or for costs (including legal fees) and expenses arising out of the publication, use of, or reliance upon, this IEC Publication or any other IEC Publications.
- 8) Attention is drawn to the Normative references cited in this publication. Use of the referenced publications is indispensable for the correct application of this publication.
- 9) Attention is drawn to the possibility that some of the elements of this IEC Publication may be the subject of patent rights. IEC shall not be held responsible for identifying any or all such patent rights.

International Standard IEC 60296 has been prepared by IEC technical committee 10: Fluids for electrotechnical applications.

This fourth edition cancels and replaces the third edition, published in 2003. This edition constitutes a technical revision.

This edition includes the following significant technical changes with respect to the previous edition:

- specifications for corrosive sulphur compounds that can lead to copper sulphide deposition in transformers (in non-passivated and passivated oils);
- definitions of additives in oil; and
- re-insertion of a missing note on oxidation.

The text of this standard is based on the following documents:

FDIS	Report on voting
10/878/FDIS	10/885/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

This publication has been drafted in accordance with the ISO/IEC Directives, Part 2.

The committee has decided that the contents of this publication will remain unchanged until the stability date indicated on the IEC web site under "<http://webstore.iec.ch>" in the data related to the specific publication. At this date, the publication will be

- reconfirmed,
- withdrawn,
- replaced by a revised edition, or
- amended.

INTRODUCTION

This International Standard does not purport to address all the safety problems associated with its use. It is the responsibility of the user of the standard to establish appropriate health and safety practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

The mineral insulating oils which are the subject of this standard should be handled with due regard to personal hygiene. Direct contact with the eyes may cause irritation. In the case of eye contact, irrigation with copious quantities of clean running water should be carried out and medical advice sought. Some of the tests specified in this standard involve the use of processes that could lead to a hazardous situation. Attention is drawn to the relevant standard for guidance.

This standard is applicable to mineral insulating oils, chemicals and used sample containers. The disposal of these items should be carried out according to local regulations with regard to their impact on the environment. Every precaution should be taken to prevent release of mineral insulating oil into the environment.

FLUIDS FOR ELECTROTECHNICAL APPLICATIONS – UNUSED MINERAL INSULATING OILS FOR TRANSFORMERS AND SWITCHGEAR

1 Scope

This International Standard is applicable to specifications and test methods for unused mineral insulating oils (see Clause 3 for definitions). It applies to oil delivered to the agreed point and time of delivery, intended for use in transformers, switchgear and similar electrical equipment in which oil is required for insulation and heat transfer. These oils are obtained by refining, modifying and/or blending of petroleum products and other hydrocarbons.

Oils with and without additives are both within the scope of this standard.

This standard is applicable only to unused mineral insulating oils.

Recycled oils are beyond the scope of this standard.

NOTE Definitions and specifications for recycled oils will be covered by IEC 62701¹.

This standard does not apply to mineral insulating oils used as impregnants in cables or capacitors.

2 Normative references

The following documents, in whole or in part, are normatively referenced in this document and are indispensable for its application. For dated references, only the edition cited applies. For undated references, the latest edition of the referenced document (including any amendments) applies.

IEC 60076-2, *Power transformers – Part 2: Temperature rise for liquid-immersed transformers*

IEC 60156, *Insulating liquids – Determination of the breakdown voltage at power frequency – Test method*

IEC 60247, *Insulating liquids – Measurement of relative permittivity, dielectric dissipation factor ($\tan \delta$) and d.c. resistivity*

IEC 60422, *Mineral insulating oils in electrical equipment – Supervision and maintenance guidance*

IEC 60475, *Method of sampling liquid dielectrics*

IEC 60628:1985, *Gassing of insulating liquids under electrical stress and ionization*

IEC 60666, *Detection and determination of specified additives in mineral insulating oils*

IEC 60814, *Insulating liquids – Oil-impregnated paper and pressboard – Determination of water by automatic coulometric Karl Fischer titration*

¹ In preparation.

IEC 60970, *Insulating liquids – Methods for counting and sizing particles*

IEC 61125:1992, *Unused hydrocarbon-based insulating liquids – Test methods for evaluating the oxidation stability*
Amendment 1 (2004)

IEC 61198, *Mineral insulating oils – Methods for the determination of 2-furfural and related compounds*

IEC 61619, *Insulating liquids – Contamination by polychlorinated biphenyls (PCBs) – Method of determination by capillary column gas chromatography*

IEC 61620, *Insulating liquids – Determination of the dielectric dissipation factor by measurement of the conductance and capacitance – Test method*

IEC 61868, *Mineral insulating oils – Determination of kinematic viscosity at very low temperatures*

IEC 62021-1, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 1: Automatic potentiometric titration*

IEC 62021-2, *Insulating liquids – Determination of acidity – Part 2: Colourimetric titration*

IEC 62535:2008, *Insulating liquids – Test method for detection of potentially corrosive sulphur in used and unused insulating oils*

ISO 2719, *Determination of flash point – Pensky-Martens closed cup method*

ISO 3016, *Petroleum products – Determination of pour point*

ISO 3104, *Petroleum products – Transparent and opaque liquids – Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity*

ISO 3675, *Crude petroleum and liquid petroleum products – Laboratory determination of density – Hydrometer method*

ISO 12185, *Crude petroleum and petroleum products – Determination of density – Oscillating U-tube method*

ISO 14596, *Petroleum products – Determination of sulfur content – Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry*

ASTM D971, *Standard Test Method for Interfacial Tension of Oil Against Water by the Ring Method*

ASTM D7150, *Standard Test Method for the Determination of Gassing Characteristics of Insulating Liquids Under Thermal Stress at Low temperature*

DIN 51353, *Testing of insulating oils; detection of corrosive sulfur; Silver strip test*

EN 14210, *Surface active agents – Determination of interfacial tension of solutions of surface active agents by the stirrup or ring method*

IP 346, *Determination of polycyclic aromatics in lubricant base oils and asphaltene free petroleum fractions – Dimethylsulfoxide refractive method*

IP 373, *Determination of the sulphur content of light and middle distillates – Oxidative microcoulometry*

3 Terms and definitions

For the purposes of this document, the following terms and definitions apply.

3.1

transformer oil

mineral insulating oil for transformers and similar electrical equipment

3.2

low temperature switchgear oil

mineral insulating oil for oil-filled switchgear for outdoor application in very cold climatic conditions

3.3

mineral insulating oil

insulating oil obtained by refining, modifying and/or blending of petroleum products and other hydrocarbons

Note 1 to entry This does not include insulating liquids such as esters, synthetic aromatics or silicone fluids.

3.4

additive

chemical substance that is added to mineral insulating oil in order to improve certain characteristics

Note 1 to entry Examples include antioxidants, metal passivators, metal deactivators, electrostatic charging tendency depressants, gas absorbers, pour point depressants, anti-foam agents and refining process improvers.

3.5

antioxidant additive

additive incorporated in mineral insulating oil that improves oxidation stability

Note 1 to entry A large number of additives which improve oxidation stability, including inhibitors, peroxide decomposers, metal passivators and metal deactivators, are available and may be used in oils if declared (see 6.11.1 and 6.11.2).

3.5.1

inhibitor

antioxidant additives of the phenolic-or amine- type, such as DBPC and DBP described in IEC 60666

Note 1 to entry DBPC = 2,6-di-tert-butyl-para-cresol; DBP = 2,6-di-tert-butyl-phenol.

3.5.2

other antioxidant additive

antioxidant additive of the sulphur- or phosphorous- type

3.5.3

passivator

metal passivator additive used primarily as electrostatic charging depressant, but which may also improve oxidation stability

Note 1 to entry Metal passivators are sometimes described as metal deactivators or corrosion inhibitors.

3.6

uninhibited oil

mineral insulating oil containing no inhibitor

Note 1 to entry No inhibitor means that the total inhibitor content is below the detection limit of 0,01 % indicated in IEC 60666.

3.7

trace inhibited oil

mineral insulating oil containing less than 0,08 % of total inhibitor content as measured by IEC 60666

3.8

inhibited oil

mineral insulating oil containing a minimum of 0,08 % and a maximum of 0,40 % of total inhibitor content as measured by IEC 60666

3.9

unused mineral insulating oil

mineral insulating oil not recycled as delivered by the supplier

Note 1 to entry Such an oil has not been used in, nor been in contact with electrical equipment or other equipment not required for manufacture, storage or transport. The manufacturer and supplier of unused oil will have taken all reasonable precautions to ensure that there is no contamination with polychlorinated biphenyls or terphenyls (PCB, PCT), used, reclaimed or dechlorinated oil or other contaminants.

Note 2 to entry The definition of recycled oils will be given in IEC 62701 (in preparation).

Note 3 to entry A blend of unused and recycled oil in any proportion is regarded as being recycled.

4 Properties of oil

NOTE Oil characteristics are listed in Tables 1 and 2 and in Clause 6.

4.1 Functional properties

Properties of oil that have an impact on its function as an insulating and cooling liquid.

NOTE Functional properties include viscosity, density, pour point, water content, breakdown voltage and dielectric dissipation factor.

4.2 Refining and stability

Properties of oil that are influenced by quality and type of refining and additives.

NOTE These can include appearance, interfacial tension, sulphur content, acidity, corrosive sulphur, 2-furfural and related compounds content and stray gassing.

4.3 Performance

Properties that are related to the long-term behaviour of oil in service and/or its reaction to high electric stress and temperature.

NOTE Examples include oxidation stability, gassing tendency and electrostatic charging tendency (ECT).

4.4 Health, safety and environment (HSE) properties

Oil properties related to safe handling and environment protection.

NOTE Examples can include flash point, density, PCA (polycyclic aromatics) and PCB/PCT (polychlorinated biphenyls/ terphenyls).

5 Classification, identification, general delivery requirements and sampling

5.1 Classification

5.1.1 Classes

For the purposes of this standard, mineral insulating oils are classified into two classes:

- transformer oils;
- low temperature switchgear oils.

5.1.2 Antioxidant additive (inhibitor) content

Transformer oils are classified into three groups, according to their content of antioxidant additive:

- uninhibited transformer oils: marked with U;
- trace inhibited transformer oils: marked with T;
- inhibited transformer oils: marked with I.

5.1.3 Lowest cold start energizing temperature (LCSET)

After the inhibitor marking, the LCSET shall be indicated.

Standard LCSET in this standard is -30 °C ; optionally, other LCSET can be selected according to Table 1.

5.2 Requirements

General requirements of this standard are given in Table 2.

Specific requirements are defined under Clause 7.

5.3 Miscibility

Unused mineral insulating oils of the same class (5.1.1), the same group (5.1.2), same LCSET (5.1.3) and containing the same types of additives are considered to be miscible and compatible with each other (see IEC 60422).

5.4 Identification and general delivery requirements

Identification and general delivery requirements are as follows:

- a) Oil is normally delivered in bulk, rail tank cars, tank containers or packed in drums or IBC (intermediate bulk containers). These shall be clean and suitable for this purpose to avoid any contamination.
- b) Oil drums and sample containers shall carry at least the following markings:
 - supplier's designation;
 - classification (see 5.1);
 - oil quantity.
- c) As agreed between the supplier and purchaser each oil delivery may be accompanied by a document specifying the supplier's designation, oil classification and compliance certificate.

NOTE This standard may be traceable to a specific batch of oil processed.

- d) The supplier shall declare the generic type of all additives, and their concentrations in the cases of inhibitors and passivators.

5.5 Sampling

Sampling shall be carried out in accordance with the procedure described in IEC 60475.

6 Properties, their significance and test methods

6.1 Viscosity

Viscosity influences heat transfer and therefore the temperature rise of the equipment. The lower the viscosity, the easier the oil circulates leading to improved heat transfer. At low temperatures, the resulting higher viscosity of oil is a critical factor for the cold start of transformers with poor or no circulation of oil and therefore possible overheating at the hot spots, and negatively influences the speed of moving parts such as in power circuit breakers, switchgear, on-load tap changer mechanisms, pumps and regulators. The viscosity at the lowest cold start energizing temperature (LCSET) shall not exceed 1 800 mm²/s (respectively 2 500 mm²/s at –40 °C, see Table 1). This lowest cold start energizing temperature (LCSET) for transformer oils is defined in this standard as being –30 °C (this is 5 K lower than indicated in IEC 60076-2). Other LCSET (see Table 1) can be agreed between supplier and purchaser.

Low temperature switchgear oil should have a lower viscosity at LCSET: max. 400 mm²/s. Standard LCSET of low temperature switchgear oil is defined at –40 °C but other LCSET may be agreed between supplier and purchaser.

Table 1 – Maximum viscosity and pour point of transformer oil at lowest cold start energizing temperature (LCSET)

LCSET °C	Maximum viscosity mm ² /s	Maximum pour point °C
0	1 800	–10
–20	1 800	–30
–30	1 800	–40
–40	2 500	–50

Viscosity shall be measured according to ISO 3104, and viscosity at very low temperatures according to IEC 61868.

6.2 Pour point

The pour point of mineral insulating oil is the lowest temperature at which the oil will just flow. It is recommended that the pour point should be at least 10 K below the lowest cold start energizing temperature (LCSET). If a pour point depressant additive is used, this shall be declared by the supplier to the user. Pour point shall be measured in accordance with ISO 3016.

6.3 Water content

A low water content of mineral insulating oil is necessary to achieve adequate breakdown voltage and low dissipation losses. To avoid separation of free water, unused insulating oil should have limited water content. Before filling the electrical equipment, the oil should be treated to meet the requirements of IEC 60422. Water content shall be measured in accordance with IEC 60814.

6.4 Breakdown voltage

The breakdown voltage of transformer oil indicates its ability to resist electrical stress in electrical equipment. Breakdown voltage shall be measured in accordance with IEC 60156. The supplier shall demonstrate that after treatment to reduce particles, water and dissolved air by a vacuum procedure (see note), the oil shall have a high dielectric strength (breakdown voltage >70 kV).

NOTE This treatment referred to consists of filtration of the oil at 60 °C by vacuum (pressure below 2,5 kPa) through a sintered glass filter (with a maximum pore size of 2,5 µm).

6.5 Dielectric dissipation factor (DDF)

DDF is a measure for dielectric losses within the oil. DDF values above requirements of Table 2 can indicate contamination of the oil by polar contaminants or poor refining quality. DDF shall be measured in accordance with IEC 60247 or IEC 61620 at 90 °C. In case of dispute, IEC 60247 at 90 °C should be used.

NOTE By agreement between parties, DDF can be measured at temperatures other than 90 °C. In such cases the temperature of measurement can be stated in the report.

6.6 Appearance

A visual inspection of insulating oil (oil sample in transmitted light under a thickness of approximately 10 cm and at ambient temperature) will indicate the presence of visible contaminants, free water or suspended matter.

6.7 Acidity

Unused mineral insulating oil should be free from any acidic compound. Acidity shall be measured according to IEC 62021-1 or IEC 62021-2.

6.8 Interfacial tension (IFT)

Low IFT sometimes indicates the presence of polar compounds. IFT shall be measured in accordance with EN 14210 or ASTM D971.

6.9 Sulphur content

Different organo-sulphur compounds are present in mineral oils, dependent on the crude oil origin and the degree and type of refining. Refining reduces the content of sulphur and aromatic hydrocarbons. As some naturally present sulphur compounds have an affinity to metals, they may act as natural oxidation inhibitors or they may promote corrosion.

Sulphur content is a specific requirement of 7.1.

Sulphur content should be measured following IP 373 or ISO 14596.

6.10 Corrosive and potentially corrosive sulphur

Some sulphur compounds, e.g. mercaptans, are very corrosive to metal surfaces, i.e. steel, copper and silver (switchgear contacts) and shall not be present in new oil. This type of corrosive sulphur should be detected following DIN 51353.

Some other sulphur compounds, e.g. dibenzylidisedisulphide (DBDS), may result in the deposition of copper sulphide (Cu₂S) in paper insulation, reducing its electrical insulation properties (see Annex A). This has resulted in several equipment failures in service.

IEC 62535, based on work performed by CIGRE WG A2.32, provides the best currently available method to detect potentially corrosive sulphur compounds in oil. It applies only to oils that do not contain a metal passivator additive (declared or undeclared).

For passivator-containing oils, see Clause A.3.

6.11 Additives (see 3.4)

6.11.1 General

The generic type of all additives shall be declared in product data sheets and certificates of compliance. For antioxidant additives and passivators, their concentrations shall also be stated.

6.11.2 Antioxidant additives (see 3.5)

Antioxidants slow down the oxidation of oil and therefore the formation of degradation products such as oil sludge and acidity. It is useful to know whether and in what proportion antioxidant additives have been added in order to monitor additive depletion during service.

Additives that slow down the oxidation of mineral insulating oils include:

- inhibitors such as phenols and amines (see 3.5.1). The most widely used inhibitors are DBPC and DBP (see 3.5.1). Detection and measurement of DBPC and DBP shall be carried out in accordance with IEC 60666. IEC test methods are not available for other types of inhibitors.
- other antioxidant additives such as sulphur- and phosphor- containing compounds, e.g. organic polysulfides and dithiophosphates (see 3.5.2). An antioxidant additive of this type is DBDS (see 6.10), but it is not accepted as it is known to be corrosive to copper and will likely result in the oil failing the potentially corrosive sulphur test of IEC 62535. IEC test methods are in preparation only for DBDS (see 6.21) and not for the other antioxidant additives of this type.
- metal passivators (see 6.11.3).

6.11.3 Metal passivators

Some of these additives form thin films on copper, preventing the catalytic effect of copper in oil and the formation of harmful copper sulphide deposits in paper by reaction with corrosive sulphur compounds contained in the oil. Some of them protect the oil from the catalytic action of metals and slow down the rate of oxidation of oil. Passivators therefore slow down the oxidation process in IEC 61125 as they passivate the surface of the catalysing copper-wire, thus leading to an optimistic result of the oxidation stability test. Some of them are also used to reduce the electrostatic charging tendency of oils (see 6.14).

Three main types of benzotriazole derivatives are typically used as metal passivator additives: N-bis(2-Ethylhexyl)-aminomethyl-tolutriazole (TTAA), benzotriazole (BTA) and 5-methyl-1H-benzotriazole (TTA). Detection and measurement of these additives shall be according to IEC 60666.

Several other compounds can be used as metal passivator additives, such as N,N-bis(2-ethylhexyl)-1H-1,2,4-triazole-1 methanamine (TAA), diamino-diphenyldisulphide, nicotinic acid, hydroquinoline and other sulphur-based compounds, for which no IEC test methods are available².

² Examples of commercially available TTAA and TAA are Irgamet 39 © and Irgamet 30 ©, respectively. This information is given for the convenience of users of this standard and does not constitute an endorsement by the IEC of these products.

6.11.4 Pour point depressants

These additives are used to improve the viscosity and pour point of oils at very low temperatures. Detection and measurement of the two main types of pour point depressant additives used (polynaphthalenes and polymethacrylates) shall be according to IEC 60666.

6.12 Oxidation stability

Oxidation of oil gives rise to acidity and sludge formation. This can be reduced by using oils with a high oxidation stability leading to longer service life time by minimizing sludge deposition and maximizing insulation life. Oxidation stability is measured in accordance with Method C of IEC 61125:1992. There is an option for stricter limits for special applications. In some countries more stringent limits and/or additional requirements and tests may be requested.

Test durations for oils containing inhibitors shall be as indicated in Table 2. Test duration for oils containing other antioxidant additives and metal passivators shall be 500 h.

Passivator-containing oils shall be tested for oxidation stability before the passivator additive has been added to the oil (when possible), using the test durations of Table 2³.

6.13 Gassing tendency

Gassing tendency of mineral insulating oil, i.e. the gas absorbing property of oil when subjected to corona partial discharges, is only necessary and important for special equipment like HV (high voltage) instrument transformers and bushings. It is a measure of the rate of absorption or evolution of gas into oil under prescribed laboratory conditions. Gas absorption properties could be related to oil aromatic content. Gassing tendency is measured using Method A of IEC 60628:1985.

Gassing tendency testing is a specific requirement of 7.3.

NOTE Additives such as 1,2,3,4- tetrahydronaphtalene (tetralin), mono or dibenzyltoluene and others have been proposed to reduce the gassing tendency of some oils, but are not described in IEC 60666. Mono and dibenzyltoluene are described in IEC 60867.

6.14 Electrostatic charging tendency (ECT)

ECT of oil is an important property for certain designs of HV and EHV transformers which have oil pumping rates that can give rise to the build-up of electrostatic charge. This charge can result in energy discharge causing transformer failure.

ECT testing is a specific requirement of 7.2.

NOTE A method to measure ECT is proposed by CIGRE Technical Brochure 170. ECT can be reduced by using metal passivator additives such as BTA and TTA.

6.15 Flash point

The safe operation of electrical equipment requires an adequately high flash point that is measured in accordance with ISO 2719 (Pensky-Martens closed cup procedure).

6.16 Density

In cold climates, density of oil shall be low enough to avoid the ice that results from the freezing of free water to float to the oil surface and possibly lead to fault conditions

³ Alternatively, passivator-containing oils may be tested for oxidation stability AFTER the passivator additive has been removed by absorption from the oil, using for example Procedure 1 of Clause A.3.

developing such as flashover of conductors. Density shall be measured in accordance with ISO 3675 (reference method) but ISO 12185 as well is accepted.

6.17 Polycyclic aromatic content (PCAs)

Some PCAs are classified to be carcinogens and therefore need to be controlled to an acceptable level in mineral insulating oil. The total amount of PCAs can be measured by extraction with DMSO (dimethylsulfoxide) under the conditions of IP 346.

NOTE Acceptable limits of total or individual PCAs are specified in national and local regulations.

6.18 Polychlorinated biphenyl content (PCBs)

Unused mineral insulating oil shall be free from PCBs. The reference test method is IEC 61619.

NOTE Acceptable limits of total or individual PCBs are specified in national and local regulations. Further European specifications are described in Directive 96/59/EC.

6.19 2-Furfural (2-FAL) and related compounds content

2-FAL and related compounds in unused mineral insulating oils can result either from improper re-distillation after solvent extraction during refining or from contamination with used oil.

Unused mineral insulating oils should have a low level of 2-FAL and related compounds; measurement should be carried out according to IEC 61198.

NOTE "Related compounds" are: 5-hydroxymethyl-2-furfural (5HMF), 2-furfuryl alcohol (2FOL), 2-acetylfuran (2ACF) and 5-methyl-2-furfural (5MEF).

6.20 Particle content

Particles in unused mineral insulating oil may result from manufacturing, storage or handling of the oil, and may affect its breakdown voltage (see 6.4). Measurement should be carried out according to IEC 60970.

6.21 DBDS content

This compound is corrosive at normal transformer operating temperatures and can produce copper sulphide. It therefore shall not be present in unused oil (see 6.10). For the test method for measuring DBDS, see IEC 62697-1 (in preparation).

6.22 Stray gassing of oil

Some oils can produce gases such as hydrogen, hydrocarbons and carbon oxides at low temperatures (< 120 °C) without thermal or electrical faults in a transformer, sometimes even without operational stress. This phenomenon could result in a high production of gases and a misinterpretation of DGA results.

NOTE Methods to measure stray gassing are described in CIGRE Brochure 296 and ASTM D7150. Inhibited grades typically produce less stray gassing than uninhibited ones.

Table 2 – General specifications

Property	Test method	Limits	
		Transformer oil	Low temperature switchgear oil
1 – Function			
Viscosity at 40 °C	ISO 3104	Max. 12 mm ² /s	Max. 3,5 mm ² /s
Viscosity at –30 °C ^a	ISO 3104	Max. 1 800 mm ² /s	–
Viscosity at –40 °C ^b	IEC 61868	–	Max. 400 mm ² /s
Pour point	ISO 3016	Max. –40 °C	Max. –60 °C
Water content	IEC 60814	Max. 30 mg/kg ^c / 40 mg/kg ^d	
Breakdown voltage	IEC 60156	Min. 30 kV / 70 kV ^e	
Density at 20 °C	ISO 3675 or ISO 12185	Max. 0,895 g/ml	
DDF at 90 °C	IEC 60247 or IEC 61620	Max. 0,005	
Particle content	IEC 60970	No general requirement ^j	
2 – Refining/stability			
Appearance	–	Clear, free from sediment and suspended matter	
Acidity	IEC 62021-1 or 62021-2	Max. 0,01 mg KOH/g	
Interfacial tension	EN 14210 or ASTM D971	No general requirement ^f	
Total sulphur content	IP 373 or ISO 14596	No general requirement	
Corrosive sulphur	DIN 51353	Not corrosive	
Potentially corrosive sulphur	IEC 62535	Not corrosive	
DBDS	IEC 62697-1 (in preparation)	Not detectable (< 5 mg/kg)	
Inhibitors of IEC 60666	IEC 60666	(U) uninhibited oil: not detectable (< 0,01%) (T) trace inhibited oil: < 0,08 % (I) inhibited oils: 0,08 % – 0,40 % (see 3.6 to 3.8)	
Metal passivator additives of IEC 60666	IEC 60666	Not detectable (< 5mg/kg), or as agreed upon with the purchaser	
Other additives		See ^g	
2-Furfural and related compounds content	IEC 61198	Not detectable (< 0,05 mg/kg) for each individual compound	
Stray gassing	See 6.22	No general requirement ^h	
3 – Performance			
Oxidation stability	IEC 61125:1992 (Method C) Test duration ^k (U) Uninhibited oil: 164 h (T) Trace inhibited oil: 332 h (I) Inhibited oil: 500 h	For oils with other antioxidant additives and metal passivator additives, see 6.12.	
- Total acidity ⁱ	1.9.4 of IEC 61125:1992	Max. 1,2 mg KOH/g	
- Sludge ⁱ	1.9.1 of IEC 61125:1992	Max. 0,8 %	
- DDF at 90 °C ⁱ	1.9.6 of IEC 61125, Amendment 1 (2004) + IEC 60247	Max. 0,500 ⁱ	
Gassing tendency	IEC 60628:1985, Method A	No general requirement ^h	
ECT	See 6.14	No general requirement ^h	

Property	Test method	Limits	
		Transformer oil	Low temperature switchgear oil
4 – Health, safety and environment (HSE)			
Flash point	ISO 2719	Min. 135 °C	Min. 100 °C
PCA content	IP 346	Max. 3 %	
PCB content	IEC 61619	Not detectable (< 2 mg/kg)	
<p>^a This is the standard LCSET for a transformer oil (see 6.1) and can be modified depending on the climatic condition of each country. Pour point should be minimum 10 K below LCSET.</p> <p>^b Standard LCSET for low temperature switchgear oil.</p> <p>^c For bulk supply.</p> <p>^d For delivery in drums and IBC.</p> <p>^e After laboratory treatment (see 6.4).</p> <p>^f Where it is used as a general requirement, a limit of minimum 40 mN/m is recommended.</p> <p>^g The supplier shall declare the generic type of all additives, and their concentrations in the case of antioxidant additives.</p> <p>^h To be agreed upon between supplier and purchaser.</p> <p>ⁱ At the end of oxidation stability tests.</p> <p>^j Particle content in drums at delivery of oil can be agreed between supplier and customer, based on a statistical reference at delivery.</p> <p>^k In Canada and the USA, where requirements for oxidation resistance are lower for some applications, test durations can be reduced to: (T) trace inhibited oil: 164 h; (I) inhibited oil: 332 h. These requirements are of a permanent nature.</p> <p>^l A DDF of max. 0,020 after 2 h of oxidation (see IEC 61125:1992, Method C) can be used for application in EHV instrument transformers and bushings.</p>			

7 Specific requirements for special applications

7.1 Higher oxidation stability and low sulphur content

For transformers with higher operating temperatures or designed for extended service life, there may exist restricted limits after oxidation test (see IEC 61125:1992, Method C). Mostly, such oil is inhibited.

- Total acidity: max. 0,3 mg KOH/g;
- Sludge: max. 0,05 %;
- DDF at 90 °C: max. 0,050;
- Total sulphur content: max. 0,05 % (before oxidation test).

7.2 Electrostatic charging tendency (ECT)

For equipment with high oil circulation speed (OF- or OD-cooled power transformers (IEC 60076-2)), as e.g. HV/DC transformers, a limit may be agreed between purchaser and manufacturer.

7.3 Gassing tendency

For equipment with high electrical field stress or special design, gases formed when subjected to corona partial discharges (6.13) shall be absorbed by the oil. Therefore the gassing tendency according to IEC 60628 shall be agreed upon between the supplier and purchaser of the oil for such equipment.

NOTE In Poland, a gassing tendency $\leq +5\text{mm}^3/\text{min}$ is used for equipment ≥ 400 kV.

Annex A (informative)

Potentially corrosive sulphur

A.1 Mechanism of copper sulphide deposition

The mechanism of copper sulphide (Cu_2S) deposition is still not fully elucidated, but it may involve dissolution and transport of copper by sulphur containing species forming complexes with copper. These complexes can then be absorbed by cellulosic insulation where they decompose into Cu_2S .

The strong influence of temperature and oxygen on this process indicates that some oxidized sulphur species may be more active than those originally present in oil, or that other oxidation products are important as co-complexing agents (see CIGRE Technical Brochure 378). Cu_2S deposition occurs preferentially in equipment where corrosive sulphur compounds are present in oil, unvarnished or unprotected copper is used, operating temperatures are high and the amount of oxygen in oil is limited. The optimal oxygen content for copper transport seems to be relatively low, probably in the region of a few thousand $\mu\text{l/l}$, but deposition may occur over a wide range of oxygen contents.

A.2 Corrosive sulphur compounds in oil

Although many sulphur compounds are known to be corrosive for copper, few have been identified as components of insulating oil. The only compound shown so far to be a potent Cu_2S forming agent and to be present in significant amounts in transformer oil is dibenzyl disulfide (DBDS). Most oils found to be forming Cu_2S contain this substance. However, refining processes using severe hydrotreatment can easily remove this reactive compound from oil. Several other substances (including disulphides, thioethers, various oxidized sulphur compounds and elemental sulphur) have been shown to cause Cu_2S formation in the IEC 62535 test, when added to originally non-corrosive oils.

A.3 Detection of corrosive sulphur compounds in passivator-containing oils

When oil in a transformer contains a metal passivator additive, a thin protective layer of passivator is formed on copper surfaces, preventing copper from dissolving in oil, reacting with corrosive sulphur compounds present in oil, and depositing in paper insulation as harmful copper sulphide (Cu_2S).

The same occurs when testing passivator-containing oils according to IEC 62535. This test method therefore cannot detect corrosive sulphur compounds present in passivating oils and may provide “false negative” results for such oils. Passivator-containing oils testing negative as new oils may then test positive and start depositing harmful Cu_2S after the additive has been consumed by aging in transformers service.

In order to detect corrosive sulphur compounds in oil containing a metal passivator additive (declared or suspected), the passivator additive has to be removed first from the oil. The two following procedures can be used for that purpose. Both are intended for newly available types of oils only, not for normal deliveries of oil.

Procedure 1

In this procedure, metal passivator additives are eliminated by specific adsorption from the oil:

- a) stir 100 ml of passivator-containing oil with 500 mg of Chromabond HR-XC adsorbent (a strong, mixed-mode, polymer-based cation exchanger for basic analytes), for 1 h, then filter out the adsorbent; or
- b) extract 60 ml of oil under a slight vacuum on a 3 ml column containing 200 mg of the adsorbent, if the initial concentration of passivator was < 200 mg/kg.

Procedure 2

This procedure is based on the observation that metal passivator additives in oil are consumed by oxidation aging (in accelerated tests in the laboratory and in transformers in service):

- a) Run the passivator-containing oil in the test cell used in Method C of IEC 61125:1992 at 120 °C for 164 h with an air flow of 0,15 l/h to ensure that the passivator has been consumed by oxidation.
- b) Test the aged oil for corrosive sulphur in the test cell of IEC 62535 with new paper wrapped conductor.
- c) To avoid false positives with the aged oil (i.e. where oxidation aging compounds of oil are mistakenly interpreted as Cu₂S), confirm Cu₂S deposition with SEM/EDX or other techniques (according to Annex B of IEC 62535:2008). False positives can also be avoided by carrying out a second IEC 62535 test without copper strip and with paper only, and comparing the appearance of papers after both tests with and without copper.

NOTE 1 The protective layer of passivator on copper has been observed to remain on copper after aging tests in the laboratory, but there is little knowledge on whether and how long it will remain on copper in transformers in service.

NOTE 2 As a complement to IEC 62535 and procedures 1 and 2 for passivator-containing oils, the quantification of corrosive sulphur compounds in oil (e.g., dibenzyldisulphide (DBDS) and total disulphide) can be used to ensure that none of these potentially harmful compounds are present in oil.

A.4 Contamination of oils

Mineral insulating oils suspected of having been accidentally contaminated with silicone oils, phthalates or other surface-active chemicals or oils should not be introduced in transformers, since these compounds can produce foaming in oil when trying to degas the transformer, thus making it difficult or impossible to fully degas the transformer oil. The foaming tendency test of ISO 6247 can be used to detect such a contamination.

Bibliography

IEC 60867, *Insulating liquids – Specifications for unused liquids based on synthetic aromatic hydrocarbons*

IEC 62697-1, *Insulating liquids – Quantitative determination of corrosive sulfur compounds in used and unused insulating liquids – Part 1: Test method for quantitative determination of dibenzyl disulfide (DBDS)*⁴

IEC 62701, *Fluids for electrotechnical applications – Recycled mineral insulating oils for transformers and switchgear*⁵

ISO 6247, *Petroleum products – Determination of foaming characteristics of lubricating oils*

CIGRE Technical Brochure 170, *Static electrification in power transformers, 2000*

CIGRE Technical Brochure 296, *Recent developments in DGA interpretation, 2006*

CIGRE Technical Brochure 378, *Copper sulphide in transformer insulation, 2009*

European Council Directive (96/59/EC) of 16 September 1996 – *Disposal of polychlorinated biphenyls and polychlorinated terphenyls (PCB/PCT)*

⁴ To be published.

⁵ To be published.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	24
INTRODUCTION.....	26
1 Domaine d'application	27
2 Références normatives.....	27
3 Termes et définitions	29
4 Propriétés de l'huile.....	30
4.1 Propriétés fonctionnelles	30
4.2 Raffinage et stabilité	30
4.3 Performance.....	30
4.4 Propriétés liées à l'hygiène, à la sécurité et à l'environnement (HSE, <i>Health, safety and environment</i>)	31
5 Classification, identification, exigences générales de livraison et échantillonnage	31
5.1 Classification.....	31
5.1.1 Classes	31
5.1.2 Teneur en additif antioxydant (inhibiteur).....	31
5.1.3 Température minimale de démarrage en puissance (TMDP - <i>Lowest cold start energizing temperature, LCSET</i>)	31
5.2 Exigences	31
5.3 Miscibilité	31
5.4 Exigences générales et d'identification à la livraison	31
5.5 Echantillonnage.....	32
6 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai	32
6.1 Viscosité	32
6.2 Point d'écoulement.....	33
6.3 Teneur en eau.....	33
6.4 Tension de claquage	33
6.5 Facteur de dissipation diélectrique (FDD).....	33
6.6 Apparence.....	33
6.7 Acidité.....	33
6.8 Tension interfaciale (TIF)	33
6.9 Teneur en soufre	33
6.10 Soufre corrosif et potentiellement corrosif	34
6.11 Additifs (voir 3.4).....	34
6.11.1 Généralités.....	34
6.11.2 Additifs antioxydants (voir 3.5)	34
6.11.3 Passivants de métaux.....	34
6.11.4 Abaisseurs de point d'écoulement	35
6.12 Stabilité à l'oxydation	35
6.13 Tendance au gassing	35
6.14 Tendance à la charge électrostatique (TCE - <i>Electrostatic charging tendency, ECT</i>)	36
6.15 Point d'éclair	36
6.16 Densité.....	36
6.17 Teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP - <i>Polycyclic aromatic compounds, PCAs</i>)	36

6.18	Teneur en polychlorobiphényles (PCB).....	36
6.19	Teneur en 2-Furfural (2-FAL) et ses dérivés	36
6.20	Teneur en particules.....	37
6.21	Teneur en DBDS	37
6.22	Stray gassing	37
7	Exigences spécifiques à des applications particulières	39
7.1	Stabilité à l'oxydation accrue et faible teneur en soufre	39
7.2	Tendance à la charge électrostatique (TCE).....	39
7.3	Tendance au gassing	40
	Annexe A (informative) Soufre potentiellement corrosif.....	41
	Bibliographie.....	43
	Tableau 1 – Viscosité et point d'écoulement maximaux des huiles pour transformateur à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP).....	32
	Tableau 2 – Spécifications générales.....	38

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

FLUIDES POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES – HUILES MINÉRALES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS ET APPAREILLAGES DE CONNEXION

AVANT-PROPOS

- 1) La Commission Electrotechnique Internationale (CEI) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI – entre autres activités – publie des Normes internationales, des Spécifications techniques, des Rapports techniques, des Spécifications accessibles au public (PAS) et des Guides (ci-après dénommés "Publication(s) de la CEI"). Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI concernant les questions techniques représentent, dans la mesure du possible, un accord international sur les sujets étudiés, étant donné que les Comités nationaux de la CEI intéressés sont représentés dans chaque comité d'études.
- 3) Les Publications de la CEI se présentent sous la forme de recommandations internationales et sont agréées comme telles par les Comités nationaux de la CEI. Tous les efforts raisonnables sont entrepris afin que la CEI s'assure de l'exactitude du contenu technique de ses publications; la CEI ne peut pas être tenue responsable de l'éventuelle mauvaise utilisation ou interprétation qui en est faite par un quelconque utilisateur final.
- 4) Dans le but d'encourager l'uniformité internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent, dans toute la mesure possible, à appliquer de façon transparente les Publications de la CEI dans leurs publications nationales et régionales. Toutes divergences entre toutes Publications de la CEI et toutes publications nationales ou régionales correspondantes doivent être indiquées en termes clairs dans ces dernières.
- 5) La CEI elle-même ne fournit aucune attestation de conformité. Des organismes de certification indépendants fournissent des services d'évaluation de conformité et, dans certains secteurs, accèdent aux marques de conformité de la CEI. La CEI n'est responsable d'aucun des services effectués par les organismes de certification indépendants.
- 6) Tous les utilisateurs doivent s'assurer qu'ils sont en possession de la dernière édition de cette publication.
- 7) Aucune responsabilité ne doit être imputée à la CEI, à ses administrateurs, employés, auxiliaires ou mandataires, y compris ses experts particuliers et les membres de ses comités d'études et des Comités nationaux de la CEI, pour tout préjudice causé en cas de dommages corporels et matériels, ou de tout autre dommage de quelque nature que ce soit, directe ou indirecte, ou pour supporter les coûts (y compris les frais de justice) et les dépenses découlant de la publication ou de l'utilisation de cette Publication de la CEI ou de toute autre Publication de la CEI, ou au crédit qui lui est accordé.
- 8) L'attention est attirée sur les références normatives citées dans cette publication. L'utilisation de publications référencées est obligatoire pour une application correcte de la présente publication.
- 9) L'attention est attirée sur le fait que certains des éléments de la présente Publication de la CEI peuvent faire l'objet de droits de brevet. La CEI ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevets et de ne pas avoir signalé leur existence.

La Norme internationale CEI 60296 a été établie par le comité d'études 10 de la CEI: Fluides pour applications électrotechniques.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition, parue en 2003. Cette édition constitue une révision technique.

Cette édition inclut les modifications techniques majeures suivantes par rapport à l'édition précédente:

- des spécifications pour les composés soufrés corrosifs qui peuvent entraîner un dépôt de sulfure de cuivre à l'intérieur des transformateurs (dans les huiles non-passivées et passivées);
- les définitions d'additifs dans l'huile; et
- la ré-insertion d'une note manquante concernant l'oxydation.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

FDIS	Rapport de vote
10/878/FDIS	10/885/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Cette publication a été rédigée selon les Directives ISO/CEI, Partie 2.

Le comité a décidé que le contenu de cette publication ne sera pas modifié avant la date de stabilité indiquée sur le site web de la CEI sous "<http://webstore.iec.ch>" dans les données relatives à la publication recherchée. A cette date, la publication sera

- reconduite,
- supprimée,
- remplacée par une édition révisée, ou
- amendée.

INTRODUCTION

La présente Norme internationale ne vise pas à répondre à tous les problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur de cette norme de mettre en place les pratiques sanitaires et de sécurité adéquates et de déterminer avant utilisation si des contraintes réglementaires s'appliquent.

Il convient que les huiles minérales isolantes dont traite cette norme soient manipulées en respectant l'hygiène personnelle. Le contact direct avec les yeux peut provoquer une irritation. En cas de contact oculaire, il est recommandé de laver abondamment à l'eau courante propre, et de demander un avis médical. Certains des essais spécifiés dans cette norme impliquent des opérations pouvant conduire à une situation dangereuse. Les lignes directrices des normes applicables seront prises en compte.

La présente norme s'applique aux huiles minérales isolantes, aux produits chimiques et aux récipients d'échantillons usagés. Il convient que leur élimination se fasse selon les réglementations locales en fonction de leur effet sur l'environnement. Il convient de prendre toutes les précautions utiles afin d'empêcher un rejet d'huile minérale isolante dans l'environnement.

FLUIDES POUR APPLICATIONS ÉLECTROTECHNIQUES – HUILES MINÉRALES ISOLANTES NEUVES POUR TRANSFORMATEURS ET APPAREILLAGES DE CONNEXION

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale s'applique aux spécifications et méthodes d'essais pour les huiles minérales isolantes neuves (voir l'Article 3 pour les définitions). Elle s'applique à l'huile livrée en lieu et temps convenus, destinée à l'utilisation dans les transformateurs, disjoncteurs et matériels électriques analogues, dans lesquels l'huile est nécessaire comme fluide isolant et caloporteur. Ces huiles sont obtenues par raffinage, modification et/ou mélange de produits pétroliers et d'autres hydrocarbures.

Cette norme s'applique aux huiles avec ou sans additifs.

Cette norme ne s'applique qu'aux huiles minérales isolantes neuves.

Les huiles recyclées n'entrent pas dans le domaine d'application de cette norme.

NOTE Les définitions et les spécifications pour les huiles recyclées seront traitées dans la CEI 62701¹.

Cette norme ne concerne pas les huiles minérales isolantes utilisées comme imprégnants dans des câbles ou des condensateurs.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

CEI 60076-2, *Transformateurs de puissance – Partie 2: Echauffement des transformateurs immergés dans le liquide*

CEI 60156, *Isolants liquides – Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle – Méthode d'essai*

CEI 60247, *Liquides isolants – Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu*

CEI 60422, *Huiles minérales isolantes dans les matériels électriques – Lignes directrices pour la maintenance et la surveillance*

CEI 60475, *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*

CEI 60628:1985, *Gassing des isolants liquides sous contrainte électrique et ionisation*

CEI 60666, *Détection et dosage d'additifs spécifiques présents dans les huiles minérales isolantes*

¹ En préparation.

CEI 60814, *Isolants liquides – Cartons et papiers imprégnés d'huile – Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique*

CEI 60970, *Isolants liquides – Méthodes de détermination du nombre et de la taille des particules*

CEI 61125:1992, *Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures – Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation*
Amendement 1 (2004)

CEI 61198, *Huiles minérales isolantes – Méthodes pour la détermination du 2-furfural et ses dérivés*

CEI 61619, *Isolants liquides – Contamination par les polychlorobiphényles (PCB) – Méthode de détermination par chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire*

CEI 61620, *Isolants liquides – Détermination du facteur de dissipation diélectrique par mesure de la conductance et de la capacité – Méthode d'essai*

CEI 61868, *Huiles minérales isolantes – Détermination de la viscosité cinématique à très basse température*

CEI 62021-1, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 1: Titrage potentiométrique automatique*

CEI 62021-2, *Liquides isolants – Détermination de l'acidité – Partie 2: Titrage colorimétrique*

CEI 62535:2008, *Liquides isolants – Méthode d'essai pour la détection du soufre potentiellement corrosif dans les huiles usagées et neuves*

ISO 2719, *Détermination du point d'éclair – Méthode Pensky-Martens en vase clos*

ISO 3016, *Produits pétroliers – Détermination du point d'écoulement*

ISO 3104, *Produits pétroliers – Liquides opaques et transparents – Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique*

ISO 3675, *Pétrole brut et produits pétroliers liquides – Détermination en laboratoire de la masse volumique – Méthode à l'aréomètre*

ISO 12185, *Pétroles bruts et produits pétroliers – Détermination de la masse volumique – Méthode du tube en U oscillant*

ISO 14596, *Produits pétroliers – Détermination de la teneur en soufre – Spectrométrie de fluorescence X dispersive en longueur d'onde*

ASTM D971, *Standard Test Method for Interfacial Tension of Oil Against Water by the Ring Method* (disponible en anglais uniquement)

ASTM D7150, *Standard Test Method for the Determination of Gassing Characteristics of Insulating Liquids Under Thermal Stress at Low temperature* (disponible en anglais uniquement)

DIN 51353, *Testing of insulating oils; detection of corrosive sulfur; Silver strip test* (disponible en anglais uniquement)

EN 14210, *Agents de surface – Détermination de la tension interfaciale des solutions d'agents de surface par la méthode à l'anneau ou l'étrier* (disponible en anglais uniquement)

IP 346, *Determination of polycyclic aromatics in lubricant base oils and asphaltene free petroleum fractions – Dimethylsulfoxide refractive method* (disponible en anglais uniquement)

IP 373, *Determination of the sulphur content of light and middle distillates – Oxidative microcoulometry* (disponible en anglais uniquement)

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

huile pour transformateur

huile minérale isolante pour les transformateurs et matériels électriques analogues

3.2

huile pour disjoncteurs basse température

huile minérale isolante pour disjoncteurs immergés en service extérieur et climat très froid

3.3

huile minérale isolante

huile isolante obtenue par raffinage, modification et/ou mélange de produits pétroliers et d'autres hydrocarbures

Note 1 à l'article Ne font pas partie de cette catégorie les liquides isolants tels que les esters, les produits aromatiques de synthèse ou les fluides silicone.

3.4

additif

produit chimique qui est ajouté à une huile minérale isolante pour en améliorer certaines propriétés

Note 1 à l'article On peut citer comme exemples les antioxydants, les passivants de métaux, les désactivateurs de métaux, les agents anti-électrisation statiques, les absorbeurs de gaz, les abaisseurs de point d'écoulement, les agents antimousse et les adjuvants de raffinage.

3.5

additif antioxydant

additif ajouté dans une huile minérale isolante, qui améliore sa stabilité à l'oxydation

Note 1 à l'article Il existe un grand nombre d'additifs qui améliorent la stabilité à l'oxydation, entre autres les inhibiteurs, les agents de décomposition du peroxyde, les passivants de métaux et les désactivateurs de métaux, et ils peuvent être utilisés dans les huiles s'ils sont déclarés (voir 6.11.1 et 6.11.2).

3.5.1

inhibiteur

additifs antioxydants de type phénolique ou à base d'amine, comme les DBPC et les DBP décrits dans la CEI 60666

Note 1 à l'article DBPC = 2,6-di-tert-butyl-para-crésol; DBP = 2,6-di-tert-butyl-phénol.

3.5.2

autre additif antioxydant

additif antioxydant de type soufré ou phosphoré

3.5.3

passivant

additif passivant de métaux utilisé principalement comme agent anti-électrisation statique, mais qui peut aussi améliorer la stabilité à l'oxydation

Note 1 à l'article Les passivants de métaux sont parfois décrits comme des désactiveurs de métaux ou des inhibiteurs de corrosion.

3.6

huile non inhibée

huile minérale isolante ne contenant pas d'inhibiteur

Note 1 à l'article Pas d'inhibiteur signifie que la teneur totale en inhibiteur(s) est inférieure à la limite de détection de 0,01 % indiquée dans la CEI 60666.

3.7

huile faiblement inhibée

huile minérale isolante dont la teneur totale en inhibiteur est inférieure à 0,08 %, les mesures étant réalisées selon la CEI 60666

3.8

huile inhibée

huile minérale isolante dont la teneur totale en inhibiteur est comprise entre 0,08 % (minimum) et 0,40 % (maximum), les mesures étant réalisées selon la CEI 60666

3.9

huile minérale isolante neuve

huile minérale isolante non recyclée, telle que livrée par le fournisseur

Note 1 à l'article Une telle huile n'a été ni utilisée dans des appareillages électriques, ni mise à leur contact ou au contact de tout autre appareil non nécessaire à sa fabrication, son stockage ou son transport. Le fabricant et le fournisseur d'une huile neuve auront pris toutes les précautions utiles pour prévenir une contamination par des polychlorobiphényles ou polychloroterphényles (PCB [*polychlorinated biphenyls*], PCT [*polychlorinated terphenyls*]), des huiles usagées, régénérées ou déchlorées, ou par d'autres contaminants.

Note 2 à l'article La définition des huiles recyclées sera donnée dans la CEI 62701 (en préparation).

Note 3 à l'article Un mélange d'huiles neuve et recyclée est considéré comme une huile recyclée.

4 Propriétés de l'huile

NOTE Les propriétés de l'huile sont données dans les Tableaux 1 et 2, ainsi que dans l'Article 6.

4.1 Propriétés fonctionnelles

Ces propriétés de l'huile sont celles qui sont liées à son rôle de liquide isolant et fluide caloporteur.

NOTE Les propriétés fonctionnelles comprennent la viscosité, la densité, le point d'écoulement, la teneur en eau, la tension de claquage et le facteur de dissipation diélectrique.

4.2 Raffinage et stabilité

Propriétés de l'huile qui dépendent du type et de la qualité du raffinage et des additifs.

NOTE Celles-ci peuvent inclure l'aspect, la tension interfaciale, la teneur en soufre, l'acidité, le soufre corrosif, la teneur en 2-furfural et ses dérivés, et le stray gassing.

4.3 Performance

Ce sont les propriétés liées au comportement à long terme de l'huile en service, et/ou à sa tenue sous contrainte électrique et température élevées.

NOTE Des exemples comprennent la stabilité à l'oxydation, la tendance au gassing et à la charge électrostatique (TCE).

4.4 Propriétés liées à l'hygiène, à la sécurité et à l'environnement (HSE, *Health, safety and environment*)

Ces propriétés de l'huile concernent la sécurité lors de sa manipulation et la protection de l'environnement.

NOTE Des exemples peuvent comprendre le point d'éclair, la densité, les HAP (hydrocarbures aromatiques polycycliques), les PCB/PCT (polychloro-biphényles et terphényles).

5 Classification, identification, exigences générales de livraison et échantillonnage

5.1 Classification

5.1.1 Classes

Pour les besoins de cette norme, les huiles minérales isolantes sont réparties en deux classes:

- les huiles pour transformateurs;
- les huiles pour disjoncteurs basse température.

5.1.2 Teneur en additif antioxydant (inhibiteur)

Les huiles pour transformateur sont classées en trois groupes, selon leur teneur en inhibiteur:

- les huiles pour transformateur non inhibées: signalées par la lettre U;
- les huiles pour transformateur faiblement inhibées: signalées par la lettre T;
- les huiles pour transformateur inhibées: signalées par la lettre I.

5.1.3 Température minimale de démarrage en puissance (TMDP - *Lowest cold start energizing temperature, LCSET*)

La TMDP doit être indiquée après le marquage de l'inhibiteur.

La TMDP nominale pour cette norme est -30 °C ; d'autres TMDP peuvent être sélectionnées conformément au Tableau 1.

5.2 Exigences

Les exigences générales de la présente norme sont indiquées au Tableau 2.

Les exigences spécifiques sont définies à l'Article 7.

5.3 Miscibilité

Les huiles minérales isolantes neuves de même classe (5.1.1), groupe (5.1.2), TMDP (5.1.3) et contenant les mêmes types d'additifs, sont considérées comme mutuellement miscibles et compatibles (voir CEI 60422).

5.4 Exigences générales et d'identification à la livraison

Les exigences générales et d'identification à la livraison sont les suivantes:

- a) Les huiles sont normalement livrées en conteneurs ferroviaires ou routiers (citernes), ou conditionnées en fûts ou petits conteneurs (IBC, *intermediate bulk containers*). Ceux-ci doivent être propres et adaptés à cet usage, pour éviter toute contamination.
- b) Les fûts et récipients d'échantillons doivent au moins porter les marquages suivants:
- désignation du fournisseur;
 - classification (voir 5.1);
 - quantité d'huile.
- c) Selon l'accord existant entre le fournisseur et l'acheteur, chaque livraison d'huile peut être accompagnée d'un document spécifiant la désignation du fournisseur, la classification et le certificat de conformité de l'huile.

NOTE Ce document peut être traçable par rapport à un lot spécifique d'huile.

- d) Le fournisseur doit déclarer le type générique de tous les additifs, et leurs concentrations dans les cas des inhibiteurs et des passivants.

5.5 Echantillonnage

L'échantillonnage doit se faire selon la procédure décrite dans la CEI 60475.

6 Propriétés, leur signification et méthodes d'essai

6.1 Viscosité

La viscosité influe sur le transfert de chaleur et, par conséquent, sur l'échauffement de l'appareil. Plus la viscosité est basse, mieux l'huile circule et donc améliore l'évacuation de chaleur. L'augmentation de la viscosité de l'huile à basses températures devient un facteur critique lors de démarrages à froid des transformateurs en raison d'une circulation de l'huile faible ou inexistante, entraînant une surchauffe possible des points chauds, et ralentit les pièces mobiles telles que celles des mécanismes coupe-circuit, des disjoncteurs, des sélecteurs en charge, des pompes et des régulateurs. La viscosité à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP) ne doit pas dépasser 1 800 mm²/s (respectivement 2 500 mm²/s à –40 °C, voir Tableau 1). Cette température minimale de démarrage en puissance (TMDP) pour les huiles de transformateurs est définie dans cette norme comme égale à –30 °C (ce qui est inférieur de 5 K à l'exigence de la CEI 60076-2.) D'autres TMDP (voir Tableau 1) peuvent faire l'objet d'un accord entre fournisseur et acheteur.

Il convient que les huiles pour les disjoncteurs basse température aient une viscosité plus faible à la TMDP nominale: max. 400 mm²/s. La TMDP nominale des huiles pour disjoncteurs basse température est fixée à –40 °C, mais le fournisseur et l'acheteur peuvent s'accorder sur d'autres TMDP.

Tableau 1 – Viscosité et point d'écoulement maximaux des huiles pour transformateur à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP)

TMDP °C	Viscosité maximale mm ² /s	Point d'écoulement maximal °C
0	1 800	–10
–20	1 800	–30
–30	1 800	–40
–40	2 500	–50

La viscosité doit être mesurée selon l'ISO 3104, et la viscosité à très basse température selon la CEI 61868.

6.2 Point d'écoulement

Le point d'écoulement d'une huile minérale isolante est la température la plus basse à laquelle l'huile s'écoule encore. Il est recommandé que le point d'écoulement soit au moins inférieur de 10 K à la température minimale de démarrage en puissance (TMDP). Si un additif abaisseur de point d'écoulement est utilisé, le fournisseur doit le déclarer à l'utilisateur. Le point d'écoulement doit être mesuré selon l'ISO 3016.

6.3 Teneur en eau

Une faible teneur en eau de l'huile minérale isolante est nécessaire pour obtenir une tension de claquage adéquate et des pertes par dissipation réduites. Pour éviter l'apparition d'eau libre, il convient que les huiles isolantes neuves aient une teneur en eau limitée. Avant remplissage d'un matériel électrique, il convient que l'huile soit traitée pour satisfaire aux exigences de la CEI 60422. La teneur en eau doit être mesurée selon la CEI 60814.

6.4 Tension de claquage

La tension de claquage de l'huile du transformateur est une mesure de sa capacité de résistance à une contrainte électrique dans un appareil électrique. La tension de claquage doit être mesurée selon la CEI 60156. Le fournisseur doit démontrer qu'après un traitement destiné à réduire les teneurs en particules, eau et gaz dissous par un procédé sous vide (voir note), l'huile doit avoir une rigidité diélectrique élevée (tension de claquage > 70 kV).

NOTE Ce traitement évoqué consiste à filtrer l'huile à 60 °C sous vide (pression inférieure à 2,5 kPa) à travers un filtre en verre fritté (avec une dimension maximale des pores de 2,5 µm).

6.5 Facteur de dissipation diélectrique (FDD)

Le FDD est une mesure des pertes diélectriques au sein de l'huile. Des valeurs de FDD supérieures aux exigences du Tableau 2 peuvent indiquer la contamination de l'huile par des contaminants polaires ou une qualité de raffinage médiocre. Le FDD doit être mesuré à 90 °C selon la CEI 60247 ou la CEI 61620. En cas de désaccord, il convient d'utiliser la CEI 60247, à 90 °C.

NOTE Par accord entre les parties prenantes, le FDD peut être mesuré à des températures autres que 90 °C. Dans de tels cas, la température de mesure peut être mentionnée dans le rapport.

6.6 Apparence

Un contrôle visuel de l'huile isolante (par lumière transmise à travers un échantillon d'huile isolante d'environ 10 cm d'épaisseur à température ambiante) révélera la présence de contaminants visibles, d'eau libre ou de matières en suspension.

6.7 Acidité

Il convient qu'une huile minérale isolante neuve ne contienne aucun composé acide. L'acidité doit être mesurée selon la CEI 62021-1 ou la CEI 62021-2.

6.8 Tension interfaciale (TIF)

Une TIF basse indique parfois la présence de composés polaires. La TIF doit être mesurée selon la EN 14210 ou l'ASTM D971.

6.9 Teneur en soufre

Divers composés organo-soufrés sont présents dans les huiles minérales, selon l'origine du pétrole brut, le type et le degré de raffinage. Le raffinage réduit la teneur en soufre et en hydrocarbures aromatiques. Comme certains composés soufrés naturellement présents ont une affinité avec les métaux, ils peuvent agir en inhibiteurs d'oxydation naturels, ou ils peuvent faciliter la corrosion.

La teneur en soufre est une exigence spécifique de 7.1.

Il convient que la teneur en soufre soit mesurée selon l'IP 373 ou l'ISO 14596.

6.10 Soufre corrosif et potentiellement corrosif

Certains composés soufrés, par exemple les mercaptans, sont très corrosifs vis-à-vis des surfaces métalliques, en particulier vis à vis de l'acier, du cuivre et de l'argent (contacts des disjoncteurs), et doivent être absents des huiles neuves. Il convient que ce type de soufre corrosif soit détecté conformément à la DIN 51353.

D'autres composés soufrés, par exemple le disulfure de dibenzyle (DBDS, *dibenzylidysulphide*), peuvent donner lieu à un dépôt de sulfure de cuivre (Cu_2S) dans l'isolation papier, ce qui réduit ses propriétés d'isolation électrique (voir Annexe A). Ceci a donné lieu à plusieurs défaillances de matériels en service.

La CEI 62535, qui est fondée sur les travaux réalisés par le GT A2.32 du CIGRE, donne la meilleure méthode actuelle pour détecter les composés soufrés potentiellement corrosifs dans les huiles. Elle s'applique uniquement aux huiles qui ne contiennent pas d'additif passivant de métaux (déclaré ou non déclaré).

Pour les huiles contenant des passivants, voir l'Article A.3.

6.11 Additifs (voir 3.4)

6.11.1 Généralités

Le type générique de tous les additifs doit être déclaré dans les fiches de données sur les produits et les certificats de conformité. Pour les additifs antioxydants et les passivants, leurs concentrations doivent également être indiquées.

6.11.2 Additifs antioxydants (voir 3.5)

Les antioxydants ralentissent l'oxydation de l'huile et donc la formation de produits de dégradation comme des boues et des acides. Il est utile de savoir si, et dans quelle proportion, des additifs antioxydants ont été ajoutés, afin de suivre la diminution de leur concentration en service.

Les additifs qui ralentissent l'oxydation des huiles minérales isolantes comprennent:

- les inhibiteurs comme les phénols et les amines (voir 3.5.1). Les inhibiteurs les plus largement utilisés sont les DBPC et les DBP (voir 3.5.1). La détection et la mesure des DBPC et des DBP doivent être réalisées conformément à la CEI 60666. Il n'existe pas de méthodes d'essai CEI pour d'autres types d'inhibiteurs.
- d'autres additifs antioxydants comme les composés soufrés et phosphorés, par exemple les polysulfures organiques et les dithiophosphates (voir 3.5.2). Un additif antioxydant de ce type est le DBDS (voir 6.10), mais il n'est pas accepté en raison de sa corrosivité vis-à-vis du cuivre, et il entraînera probablement un échec de l'huile lors de l'essai de soufre potentiellement corrosif de la CEI 62535. Des méthodes de détection CEI sont en préparation uniquement pour le DBDS (voir 6.21), et pas pour les autres additifs antioxydants de ce type.

les passivants de métaux (voir 6.11.3).

6.11.3 Passivants de métaux

Certains de ces additifs forment des films de faible épaisseur sur le cuivre, empêchant l'effet catalytique du cuivre sur l'huile et la formation de dépôts de sulfure de cuivre nocifs dans le papier après réaction avec les composés soufrés corrosifs contenus dans l'huile. Certains d'entre eux protègent l'huile de l'action catalytique des métaux et ralentissent la vitesse

d'oxydation de l'huile. Les passivants ralentissent par conséquent le processus d'oxydation de la CEI 61125, dans la mesure où ils inactivent la surface du fil de cuivre utilisé comme catalyseur, donnant ainsi lieu à un résultat optimiste de l'essai de stabilité à l'oxydation. Certains d'entre eux sont aussi utilisés pour réduire la tendance à la charge électrostatique des huiles (voir 6.14).

Trois types principaux de dérivés du benzotriazole sont habituellement utilisés comme additifs passivants de métaux: le N-bis(éthylhexyle-2)-aminométhyle-tolutriazole (TTAA), le benzotriazole (BTA) et le méthyle-5-1H-benzotriazole (TTA). La détection et la mesure de ces additifs doivent se faire conformément à la CEI 60666.

Plusieurs autres composés peuvent être utilisés comme additifs passivants des métaux, comme le N,N-bis(éthylhexyle-2)-1H-1,2,4-triazole-1-methanamine (TAA), le diamino-bisulfure de diphényle, l'acide nicotinique, l'hydroquinoline et d'autres composés à base de soufre, pour lesquels il n'existe pas de méthode d'essai CEI².

6.11.4 Abaisseurs de point d'écoulement

Ces additifs sont utilisés pour améliorer la viscosité et le point d'écoulement des huiles à très basses températures. La détection et le dosage des deux principaux types d'additifs abaisseurs de point d'écoulement utilisés (polynaphthalènes et polyméthacrylates) doivent se faire conformément à la CEI 60666.

6.12 Stabilité à l'oxydation

L'oxydation de l'huile déclenche la formation d'acides et de boues. Ce phénomène peut être limité en utilisant des huiles ayant une stabilité à l'oxydation élevée autorisant une durée de vie en service accrue, grâce à de moindres dépôts de boues et un allongement de la durée de vie de l'isolation. La stabilité à l'oxydation est mesurée selon la méthode C de la CEI 61125:1992. Pour des applications particulières, des limites plus strictes sont prévues en option. Dans certains pays, des limites plus sévères et/ou des exigences et essais supplémentaires peuvent être demandés.

Les durées d'essai pour les huiles contenant des inhibiteurs doivent être celles indiquées dans le Tableau 2. La durée d'essai pour les huiles contenant d'autres additifs antioxydants et des passivants de métaux doit être de 500 h.

Les huiles contenant des passivants doivent être soumises aux essais de stabilité à l'oxydation avant l'ajout du passivant à l'huile (lorsque cela est possible), en utilisant les durées d'essai du Tableau 2³.

6.13 Tendance au gassing

La tendance au gassing des huiles minérales isolantes, c'est-à-dire la capacité d'absorption des gaz de l'huile lorsqu'elle est soumise à des décharges partielles, est nécessaire et importante seulement pour les appareils spéciaux comme les transformateurs de mesure et les traversées HT (haute tension). Il s'agit d'une mesure du taux d'absorption ou d'émission de gaz dans l'huile dans des conditions de laboratoire prescrites. Les propriétés d'absorption de gaz pourraient être liées à la teneur en composés aromatiques de l'huile. La tendance au gassing est mesurée selon la méthode A de la CEI 60628:1985.

² On peut donner comme exemples de TTAA et TAA disponibles sur le marché l'Irgamet 39 © et l'Irgamet 30 ©, respectivement. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente norme et ne signifie nullement que la CEI approuve ou recommande l'emploi exclusif de ces produits.

³ En variante, les huiles contenant des passivants peuvent être soumises aux essais de stabilité à l'oxydation APRES le retrait de l'additif passivant par absorption, en utilisant par exemple la procédure 1 de l'Article A.3.

Les essais de tendance au gassing sont une exigence spécifique de 7.3.

NOTE Des additifs comme le tétrahydronaphtalène-1,2,3,4-(tétraline), le mono- ou di-benzyltoluène et d'autres ont été proposés pour réduire la tendance au gassing de certaines huiles, mais ils ne sont pas décrits dans la CEI 60666. Le mono et le di-benzyltoluène sont décrits dans la CEI 60867.

6.14 Tendance à la charge électrostatique (TCE - *Electrostatic charging tendency, ECT*)

La TCE est une propriété importante de l'huile pour certaines configurations de transformateurs HT et THT, dans lesquels les vitesses de pompage d'huile peuvent déclencher l'accumulation de charges électrostatiques. Une décharge d'énergie peut en résulter et provoquer une défaillance du transformateur.

Les essais de TCE sont une exigence spécifique de 7.2.

NOTE Une méthode pour mesurer la TCE est suggérée par le CIGRE dans sa Brochure technique 170. La TCE peut être réduite en utilisant les additifs passivants de métaux comme le BTA et le TTA.

6.15 Point d'éclair

La sécurité d'exploitation des équipements électriques exige un point d'éclair suffisamment élevé qui est mesuré selon l'ISO 2719 (méthode Pensky-Martens en vase clos).

6.16 Densité

En climat froid, la densité d'une huile doit être assez basse pour que la glace formée par congélation d'eau libre ne puisse flotter à la surface de l'huile, et éventuellement conduire à des conditions de défaut comme un amorçage entre conducteurs. La densité doit être mesurée selon l'ISO 3675 (méthode de référence), mais l'ISO 12185 est également acceptée.

6.17 Teneur en hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP - *Polycyclic aromatic compounds, PCAs*)

Certains HAP sont classifiés comme cancérigènes et doivent donc être maintenus sous un seuil acceptable dans les huiles minérales isolantes. La quantité totale des HAP peut être mesurée par extraction avec du DMSO (diméthylsulfoxyde) dans les conditions de l'IP 346.

NOTE Des limites acceptables de HAP totaux ou individuels sont spécifiées dans les réglementations nationales et locales.

6.18 Teneur en polychlorobiphényles (PCB)

Les huiles minérales isolantes neuves doivent être sans PCB. La méthode d'essai de référence est donnée dans la CEI 61619.

NOTE Des limites acceptables de PCB totaux ou individuels sont spécifiées dans les réglementations nationales et locales. D'autres spécifications européennes sont décrites dans la Directive 96/59/EC.

6.19 Teneur en 2-Furfural (2-FAL) et ses dérivés

Le 2-FAL et ses dérivés dans les huiles minérales isolantes neuves peuvent provenir d'une mauvaise redistillation après extraction au solvant lors du raffinage, ou d'une contamination par une huile déjà utilisée.

Il convient que les huiles minérales isolantes neuves présentent une faible teneur en 2-FAL et ses dérivés; il convient que la mesure soit réalisée selon la CEI 61198.

NOTE Les "dérivés" sont: 5-hydroxyméthyl-2-furfural (5HMF), 2-alcool furfurylique (2FOL), 2-acétylfurane (2ACF) et 5-méthyl-2-furfural (5MEF).

6.20 Teneur en particules

Les particules dans les huiles minérales isolantes neuves peuvent provenir de la fabrication, du stockage ou de la manipulation de l'huile, et peuvent affecter sa tension de claquage (voir 6.4). Il convient que les mesures soient réalisées selon la CEI 60970.

6.21 Teneur en DBDS

Ce composé est corrosif à des températures de fonctionnement normales du transformateur, et peut produire du sulfure de cuivre. Par conséquent, il ne doit pas être présent dans les huiles neuves (voir 6.10). Concernant la méthode d'essai pour mesurer le DBDS, voir la future CEI 62697-1 (en préparation).

6.22 Stray gassing

Certaines huiles peuvent produire des gaz comme l'hydrogène, des hydrocarbures et les oxydes de carbone, à basse température (< 120 °C) en absence de défaut thermique ou électrique dans un transformateur, parfois même sans contrainte de fonctionnement. Ce phénomène pourrait donner lieu à une production importante de gaz et à une mauvaise interprétation des résultats des analyses de gaz dissous (AGD – *Disolved gases analysis*, DGA).

NOTE Les méthodes pour mesurer le stray gassing sont décrites dans la Brochure 296 du CIGRE et dans l'ASTM D7150. Les huiles inhibées produisent habituellement moins de stray gassing que les huiles non inhibées.

Tableau 2 – Spécifications générales

Propriété	Méthode d'essai	Limites	
		Huile pour transformateur	Huile pour disjoncteurs basse température
1 – Fonctions			
Viscosité à 40 °C	ISO 3104	Max. 12 mm ² /s	Max. 3,5 mm ² /s
Viscosité à -30 °C ^a	ISO 3104	Max. 1 800 mm ² /s	-
Viscosité à -40 °C ^b	CEI 61868	-	Max. 400 mm ² /s
Point d'écoulement	ISO 3016	Max. -40 °C	Max. -60 °C
Teneur en eau	CEI 60814	Max. 30 mg/kg ^c / 40 mg/kg ^d	
Tension de claquage	CEI 60156	Min. 30 kV / 70 kV ^e	
Densité à 20 °C	ISO 3675 ou ISO 12185	Max. 0,895 g/ml	
FDD à 90 °C	CEI 60247 ou CEI 61620	Max. 0,005	
Teneur en particules	CEI 60970	Pas d'exigence générale ^j	
2 – Raffinage/stabilité			
Apparence	-	Limpide, exempte de dépôts et de matières en suspension	
Acidité	CEI 62021-1 ou 62021-2	Max. 0,01 mg KOH/g	
Tension interfaciale	EN 14210 ou ASTM D971	Pas d'exigence générale ^f	
Teneur totale en soufre	IP 373 ou ISO 14596	Pas d'exigence générale	
Soufre corrosif	DIN 51353	Non corrosif	
Soufre potentiellement corrosif	CEI 62535	Non corrosif	
Teneur en DBDS	CEI 62697-1 (en préparation)	Non détectable (< 5 mg/kg)	
Inhibiteurs de la CEI 60666	CEI 60666	(U) huile non inhibée: non détectable (< 0,01%) (T) huile faiblement inhibée: < 0,08 % (I) huile inhibée: 0,08 % – 0,40 % (voir 3.6 à 3.8)	
Additifs passivants des métaux de la CEI 60666	CEI 60666	Non détectable (< 5 mg/kg), ou selon accord avec l'acheteur	
Autres additifs		Voir ^g	
Teneur en 2-Furfural et ses dérivés	CEI 61198	Non détectable (< 0,05 mg/kg) pour chaque composé individuel	
Stray gassing	Voir 6.22	Pas d'exigence générale ^h	
3 – Performance			
Stabilité à l'oxydation	CEI 61125:1992 (méthode C) Durée de l'essai ^k : Pour les huiles non inhibées (U): 164 h Pour les huiles faiblement inhibées (T): 332 h pour les huiles inhibées (I): 500 h	Pour les huiles contenant d'autres additifs antioxydants et des additifs passivants de métaux, voir 6.12	
- Acidité totale ⁱ	CEI 61125:1992, 1.9.4	Max. 1,2 mg KOH/g	
- Dépôts ⁱ	CEI 61125:1992, 1.9.1	Max. 0,8 %	
- FDD à 90 °C ⁱ	1.9.6 de la CEI 61125, Amendement 1 (2004) + CEI 60247	Max. 0,500 ⁱ	
Tendance au gassing	CEI 60628:1985, Méthode A	Pas d'exigence générale ^h	
TCE	Voir 6.14	Pas d'exigence générale ^h	

Propriété	Méthode d'essai	Limites	
		Huile pour transformateur	Huile pour disjoncteurs basse température
4 – Hygiène, sécurité et environnement (HSE)			
Point d'éclair	ISO 2719	Min. 135 °C	Min. 100 °C
Teneur en HAP	IP 346	Max. 3 %	
Teneur en PCB	CEI 61619	Non détectable (< 2 mg/kg)	
<p>^a Il s'agit de la TMDP nominale pour une huile pour transformateur (voir 6.1); elle peut être ajustée aux conditions climatiques de chaque pays. Il est recommandé que le point d'écoulement soit inférieur de 10 K au moins à la TMDP.</p> <p>^b TMDP nominale pour les huiles pour disjoncteurs basse température.</p> <p>^c Livraisons en vrac.</p> <p>^d Livraisons en fûts ou petits conteneurs.</p> <p>^e Après traitement en laboratoire (voir 6.4).</p> <p>^f Là où une spécification générale est utilisée, une limite minimale de 40 mN/m est recommandée.</p> <p>^g Le fournisseur doit déclarer le type générique de tous les additifs, et leurs concentrations dans les cas des additifs antioxydants.</p> <p>^h Devant être décidé d'un commun accord entre le fournisseur et l'acheteur.</p> <p>ⁱ A la fin des essais de stabilité d'oxydation.</p> <p>^j La teneur en particules dans les fûts à la livraison de l'huile peut faire l'objet d'un accord entre le fournisseur et le client, sur la base de références statistiques à la livraison.</p> <p>^k Au Canada et aux Etats-Unis, où les exigences concernant la résistance à l'oxydation sont plus faibles pour certaines applications, les durées des essais peuvent être réduites à: Pour les huiles faiblement inhibées (T): 164 h; pour les huiles inhibées (I): 332 h. Ces exigences sont de nature permanente.</p> <p>^l Un FDD de 0,020 max. après 2 h d'oxydation (voir CEI 61125:1992, Méthode C) peut être utilisé pour des applications avec transformateurs de mesure et traversées en THT.</p>			

7 Exigences spécifiques à des applications particulières

7.1 Stabilité à l'oxydation accrue et faible teneur en soufre

Pour les transformateurs opérant à des températures plus élevées ou conçus pour une durée de vie accrue, il peut exister des limites plus restrictives après essai d'oxydation (voir la méthode C de la CEI 61125:1992). En règle générale, de telles huiles sont inhibées.

- Acidité totale: max. 0,3 mg KOH/g;
- Dépôts: max. 0,05 %;
- FDD à 90 °C: max. 0,050;
- Teneur totale en soufre: max. 0,05 % (avant l'essai d'oxydation).

7.2 Tendence à la charge électrostatique (TCE)

Pour les appareillages avec vitesse de circulation d'huile élevée (transformateurs de puissance à refroidissement OF ou OD (CEI 60076-2)), par exemple les transformateurs CC/HT, le fabricant et l'acheteur peuvent s'accorder sur une limite.

7.3 Tendance au gassing

Pour les appareillages avec fort champ électrique ou de conception particulière, les gaz formés en cas de décharges partielles (6.13) doivent être absorbés par l'huile. C'est pourquoi la tendance au gassing selon la CEI 60628 doit faire l'objet d'un accord entre le fournisseur et l'acheteur de l'huile pour de tels appareillages.

NOTE En Pologne, une tendance au gassing $\leq +5 \text{ mm}^3/\text{min}$ est recommandée pour les appareillages $\geq 400 \text{ kV}$.

Annexe A (informative)

Soufre potentiellement corrosif

A.1 Mécanisme de dépôt de sulfure de cuivre

Le mécanisme du dépôt de sulfure de cuivre (Cu_2S) n'est pas encore complètement élucidé, mais il peut impliquer une dissolution et le transport du cuivre par les espèces soufrées formant des complexes avec le cuivre. Ces complexes peuvent ensuite être absorbés par l'isolation cellulosique dans laquelle ils se décomposent en Cu_2S .

La forte influence de la température et de l'oxygène sur ce processus indique que certaines espèces soufrées oxydées peuvent être plus actives que celles présentes à l'origine dans l'huile, ou que d'autres produits d'oxydation sont importants comme agents co-complexants (voir brochure technique CIGRE 378). Le dépôt de Cu_2S intervient de manière préférentielle dans les appareillages dans lesquels des composés soufrés corrosifs sont présents dans l'huile, du cuivre sans vernis ou sans protection est utilisé, les températures de fonctionnement sont élevées et la quantité d'oxygène dans l'huile est limitée. Le teneur optimale en oxygène pour le transport du cuivre semble relativement faible, probablement aux environs de quelques milliers de $\mu\text{l/l}$, mais le dépôt peut intervenir sur une large gamme de teneurs en oxygène.

A.2 Composés soufrés corrosifs dans l'huile

Bien que de nombreux composés soufrés soient connus pour leur corrosivité vis-à-vis du cuivre, peu d'entre eux ont été identifiés comme des composants de l'huile isolante. Le seul composé avéré pour être un puissant agent formant du Cu_2S et être présent en quantité significative dans les transformateurs est le disulfure de dibenzyle (DBDS). La plupart des huiles ayant montré qu'elles formaient du Cu_2S contiennent cette substance. Toutefois, les processus de raffinage qui utilisent des hydrosouffrages sévères peuvent facilement éliminer ce composé réactif de l'huile. Il a été observé que plusieurs autres substances (parmi lesquelles les disulfures, les thioéthers, différents composés soufrés oxydés et le soufre élémentaire) causaient la formation de Cu_2S dans l'essai selon la CEI 62535, lorsqu'elles étaient ajoutées aux huiles initialement non-corrosives.

A.3 Détection des composés soufrés corrosifs dans les huiles contenant des passivants

Lorsque l'huile d'un transformateur contient un additif passivant de métaux, une mince couche protectrice de passivant se forme sur les surfaces en cuivre, empêchant le cuivre de se dissoudre dans l'huile, de réagir avec des composés soufrés corrosifs présents dans l'huile, et de se déposer sur l'isolation en papier sous la forme de sulfure de cuivre nocif (Cu_2S).

Le même phénomène se produit lors des essais sur des huiles contenant des passivants selon la CEI 62535. C'est pourquoi cette méthode d'essai ne peut pas détecter les composés soufrés corrosifs présents dans les huiles passivées, et peut donner des résultats faussement négatifs pour de telles huiles. Les huiles contenant des passivants, dont les résultats d'essai étaient négatifs lorsque ces huiles étaient neuves, peuvent ensuite donner des résultats d'essai positifs et commencer à déposer du Cu_2S nocif après que l'additif a été consommé par vieillissement au cours du fonctionnement des transformateurs.

Pour détecter les composés soufrés corrosifs dans une huile contenant un additif passivant de métaux (déclaré ou suspecté), le passivant doit d'abord être éliminé de l'huile. Les deux

procédures suivantes peuvent être utilisées à cet effet. Les deux sont uniquement destinées aux nouveaux types d'huiles disponibles, et non aux livraisons normales.

Procédure 1

Dans cette procédure, les additifs passivants de métaux sont éliminés de l'huile par une adsorption spécifique:

- a) mélanger 100 ml d'huile contenant un passivant avec 500 mg de Chromabond HR-XC comme adsorbant (un échangeur de cation à base de polymères combinés pour substances à analyser basiques) pendant 1 h, puis filtrer l'adsorbant; ou
- b) extraire 60 ml d'huile sous vide léger sur une colonne de 3 ml contenant 200 mg de l'adsorbant, si la concentration initiale du passivant est < 200 mg/kg.

Procédure 2

Cette procédure est fondée sur l'observation selon laquelle les additifs passivants de métaux dans l'huile sont consommés lors du vieillissement par oxydation (dans les essais accélérés en laboratoire et dans les transformateurs en fonctionnement):

- a) Soumettre l'huile contenant le passivant à l'essai décrit dans la méthode C de la CEI 61125:1992 à 120 °C pendant 164 h avec un débit d'air de 0,15 l/h pour assurer la consommation du passivant par oxydation.
- b) Soumettre l'huile vieillie à l'essai de détection du soufre corrosif selon la CEI 62535 avec un nouveau conducteur guipé avec du papier.
- c) Pour éviter les faux positifs avec l'huile vieillie (c'est-à-dire, lorsque les composés de vieillissement par oxydation de l'huile sont interprétés de manière erronée comme du Cu_2S), confirmer le dépôt de Cu_2S avec la technique SEM/EDX ou d'autres techniques (conformément à l'Annexe B de la CEI 62535:2008). Les faux positifs peuvent aussi être évités en réalisant un deuxième essai selon la CEI 62535 sans cuivre et seulement avec du papier, et en comparant l'apparence des papiers après les deux essais, avec ou sans cuivre.

NOTE 1 Il a été observé que la couche de protection du passivant subsistait sur le cuivre après les essais de vieillissement en laboratoire, mais on ne sait pas exactement si elle durera, et combien de temps elle restera sur le cuivre dans les transformateurs en fonctionnement.

NOTE 2 En complément de la CEI 62535 et des procédures 1 et 2 pour les huiles contenant des passivants, la quantification des composés soufrés corrosifs dans l'huile (par exemple, disulfure dibenzyle (DBDS) et disulfures totaux) peut être utilisée pour assurer qu'aucun de ces composés potentiellement nocifs n'est présent dans l'huile.

A.4 Contamination des huiles

Il est recommandé que les huiles minérales isolantes suspectées d'avoir été contaminées accidentellement par des liquides silicone, des phtalates ou d'autres produits chimiques tensioactifs, ou des huiles ne soient pas introduites dans les transformateurs, dans la mesure où ces composés peuvent produire un moussage de l'huile lors du dégazage du transformateur, rendant difficile ou impossible le dégazage complet de l'huile du transformateur. L'essai de tendance au moussage de l'ISO 6247 peut être utilisé pour détecter une contamination de ce type.

Bibliographie

CEI 60867, *Isolants liquides – Spécifications pour liquides neufs à base d'hydrocarbures aromatiques de synthèse*

CEI 62697-1, *Liquides isolants – Détermination quantitative des composés de soufre corrosifs dans les liquides isolants usagés et neufs – Partie 1: Méthode pour la détermination quantitative du disulfure de diméthyle (DBDS)⁴*

CEI 62701, *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes recyclées pour transformateurs et appareillages de connexion⁵*

ISO 6247, *Produits pétroliers – Détermination des caractéristiques de moussage des huiles lubrifiantes*

Brochure technique CIGRE 170, *Static electrification in power transformers, 2000*

Brochure technique CIGRE 296, *Recent developments in DGA interpretation, 2006*

Brochure technique CIGRE 378, *Copper sulphide in transformer insulation, 2009*

Directive du Conseil européen (96/59/CE) du 16 septembre 1996 concernant l'élimination des polychlorobiphényles et des polychloroterphényles

⁴ A publier.

⁵ A publier.

INTERNATIONAL
ELECTROTECHNICAL
COMMISSION

3, rue de Varembé
PO Box 131
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Tel: + 41 22 919 02 11
Fax: + 41 22 919 03 00
info@iec.ch
www.iec.ch